



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0920931-0 B1

(22) Data do Depósito: 23/11/2009

(45) Data de Concessão: 16/10/2018



* B R P I 0 9 2 0 9 3 1 B 1 *

(54) Título: COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO, RECIPIENTE PARA ALIMENTO OU BEBIDA, E , MÉTODO.

(51) Int.Cl.: C09D 175/06

(30) Prioridade Unionista: 26/11/2008 US 61/118,237

(73) Titular(es): VALSPAR SOURCING, INC.

(72) Inventor(es): NICOLAS DOREAU; BENOIT PROUVOST; PAUL STENSON

(85) Data do Início da Fase Nacional: 26/05/2011

“COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO, RECIPIENTE PARA ALIMENTO OU BEBIDA, E, MÉTODO”

REFERÊNCIA CRUZADA A PEDIDO(S) RELACIONADO(S)

Este pedido reivindica prioridade sobre o benefício do Pedido provisório U.S. nº 61/118.237 depositado em 26 de novembro de 2008, que é aqui incorporado, por referência em sua totalidade.

CAMPO TÉCNICO

Esta invenção refere-se a um polímero de poliéster-carbamato. O polímero de poliéster-carbamato pode ser incluído em uma composição de revestimento para uso, por exemplo, em um artigo de acondicionamento.

ANTECEDENTES

Os revestimentos de recipiente convencional podem ser derivados de uma formulação termicamente curável que inclui partículas de um material termoplástico em um solvente orgânico. Os polímeros de cloreto de vinila como poli(cloreto de vinila)) ("PVC") são frequentemente empregados como o material termoplástico em tais revestimentos. Quando esses revestimentos são aplicados a um substrato e curados, o material termoplástico pode degradar e descolorir. Os produtos de degradação como, por exemplo, ácido clorídrico ("HCl") podem atacar o substrato.

Para estabilizar os materiais termoplásticos como PVC e reduzir a degradação, resinas epóxi podem ser adicionadas à formulação dos revestimentos. Essas resinas epóxi incluem, tipicamente, poliglicidil éteres de polióis aromáticos como bisfenol A (frequentemente chamado de "BADGE"). Epóxi novolaca e óleo de linhaça epoxidado também foram usados como estabilizantes para formulações de revestimentos que contêm materiais termoplásticos, como PVC.

Há um desejo de reduzir ou eliminar compostos epóxi de certos tipos de revestimentos que têm contato com alimentos. Entretanto, tem sido problemático formular formulações de revestimento termoplásticas que

exibem níveis muito baixos ou não detectáveis de formas móveis desses compostos enquanto ainda retêm as características de revestimento necessárias (por exemplo, flexibilidade, adesão, resistência à corrosão, estabilidade, etc.).

Portanto, existe uma necessidade contínua por composições de revestimento melhoradas.

SUMÁRIO

Em um aspecto, a presente invenção fornece um polímero de poliéster-carbamato ("PEC") adequado para o uso em aplicações de revestimento. O polímero inclui, de preferência uma cadeia principal que tem um ou mais ésteres e ligações de carbamato, e, com mais preferência, uma pluralidade de ambas as ligações. Em algumas modalidades, o polímero PEC é um polímero auto-reticulável que inclui, de preferência, pelo menos um grupo isocianato bloqueado, e, com mais preferência, pelo menos um grupo isocianato desbloqueável.

Em um outro aspecto, a presente invenção fornece uma composição de revestimento que inclui um polímero PEC descrito aqui em combinação com uma dispersão termoplástica. A dispersão termoplástica pode incluir partículas de cloreto de polivinila e um carreador líquido. Em uma modalidade preferível, a composição de revestimento é uma composição de revestimento de organosol. A composição de revestimento é, de preferência adequada para formar um revestimento que entre em contato com alimento.

Em ainda um outro aspecto, a presente invenção apresenta um método para a formação de uma composição de revestimento. Os métodos da presente invenção podem incluir, por exemplo, fornecer um polímero PEC que inclui ambos éster e ligações carbamato e preparar uma composição de revestimento que inclui o polímero PEC e uma dispersão termoplástica.

Em ainda um outro aspecto, a presente invenção apresenta um

artigo de acondicionamento como, por exemplo, um recipiente de alimentos ou bebidas ou porções dos mesmos que tenha uma composição de revestimento da invenção aderida em pelo menos uma porção de uma superfície do mesmo. A composição de revestimento pode ser usada como uma sistema de revestimento de mono-camada ou pode constituir uma ou mais camadas de um sistema de revestimento de multi-camada.

O sumário da invenção acima não se destina a descrever cada uma das modalidades apresentadas ou toda implementação da invenção. A descrição que segue exemplifica, mais particularmente, modalidades ilustrativas. Em diversos lugares em todo o pedido, são fornecidas orientações através de listas de exemplos, exemplos esses que podem ser usados em várias combinações. Em cada instância, a lista citada serve apenas como um grupo representativo e não deveria ser interpretada como uma lista exclusiva.

Os detalhes de uma ou mais modalidades da invenção são demonstrados na descrição abaixo. Outras características, objetos e vantagens da invenção ficarão evidentes a partir da descrição e das reivindicações.

DEFINIÇÕES SELECIONADAS

Exceto onde especificado em contrário, os seguintes termos para uso na presente invenção têm os significados fornecidos abaixo.

Um grupo que pode ser igual ou diferente é tratado como sendo "independentemente" alguma coisa. A substituição é antecipada nos grupo orgânico dos compostos da invenção. Como meio de simplificar a discussão e menção de certa terminologia usada ao longo deste pedido, os termos "grupo" e "porção" são usados para diferenciar entre espécies químicas que permitem a substituição ou que possam ser substituídas e aquelas que não permitem e não podem ser substituídas. Portanto, quando o termo "grupo" é usado para descrever um substituinte químico, o material químico descrito inclui o grupo não-substituído e aquele grupo com átomos de O, N, Si, ou S, por exemplo, na cadeia (como em um grupo alcóxi) assim

como grupos carbonila ou outra substituição convencional. Onde o termo "porção" for usado para descrever um composto químico ou substituinte, apenas um material químico não-substituído é previsto como sendo incluído. Por exemplo, a expressão "grupo alquila" tem como intenção incluir não apenas substituintes de hidrocarboneto de alquila saturado de cadeia aberta puros, como metil, etil, propil, t-butil, e similares, mas também substituintes de alquila que suportem substituintes adicionais conhecidos na técnica, como hidróxi, alcóxi, alquilsulfonil, átomos de halogênio, ciano, nitro, amino, carboxila, etc. Portanto, "grupo alquila" inclui grupos éter, haloalquila, nitroalquilas, carbóxi alquila, hidróxi alquila, sulfoalquila, etc. Por outro lado, a expressão "porção de alquila" é limitada à inclusão de apenas substituintes de hidrocarboneto de alquila saturado de cadeia aberta puros, como metil, etil, propil, t-butila, e similares.

O termo "substancialmente isento" de um composto móvel particular significa que as composições da presente invenção contêm pelo menos 100 partes por milhão (ppm) do composto móvel citado.

O termo "essencialmente isento" de um composto móvel particular significa que as composições da invenção contêm menos que 10 ppm do composto móvel citado.

O termo "essencial e completamente isento" de um composto móvel particular significa que as composições da invenção contêm menos que 1 ppm do composto móvel citado.

O termo "completamente isento" de um composto móvel particular significa que as composições da invenção contêm menos que 20 partes por bilhão (ppb) do composto móvel citado.

Se as expressões supracitadas forem usadas sem o termo "móvel" (por exemplo, "substancialmente isento do composto XYZ"), então as composições da invenção contêm menos que a quantidade supracitada do composto, se o composto for móvel no revestimento ou ligado a um

constituente do revestimento.

O termo "móvel" significa que o composto pode ser extraído do revestimento curado quando um revestimento (tipicamente $\sim 1 \text{ mg/cm}^2$ ($6,5 \text{ mg/in}^2$) de espessura) é exposto a um meio de teste para alguns conjuntos de condições definidos, dependendo da finalidade. Um exemplo dessas condições de teste é a exposição do revestimento curado à acetonitrila grau HPLC por 24 horas a 25°C .

O termo "superfície de contato com alimentos" refere-se a uma superfície de um artigo (por exemplo, um recipiente de alimentos ou bebidas) que está em contato com, ou adequado para contato com, um produto de alimentos ou bebidas.

O termo "reticulador" refere-se a uma molécula capaz de formar uma ligação covalente entre polímeros ou entre duas regiões diferentes do mesmo polímero.

O termo "auto-reticulação", quando usado no contexto de um polímero de auto-reticulação, refere-se à capacidade de um polímero de entrar em uma reação de reticulação consigo mesmo e/ou outra molécula do polímero, na ausência de um reticulador externo, para formar uma ligação covalente entre os mesmos. Tipicamente, essa reação de reticulação ocorre pela reação de grupos funcionais reativos complementares presentes no polímero de auto-reticulação em si ou duas moléculas separadas do polímero de auto-reticulação.

O termo "dispersão" no contexto de um polímero dispersável refere-se à mistura de um polímero dispersável e um carreador. O termo "dispersão" tem como intenção incluir o termo "solução".

O termo "termoplástico" refere-se a um material que funde e altera o formato quando aquecido suficientemente e enrijece quando resfriado suficientemente. Tais materiais são, tipicamente, capazes de serem submetidos à fusão e ao enrijecimento repetidos sem exibir mudança química

apreciável. Em contraste, "termofixo" refere-se a um material que é reticulado e não se "funde".

O termo "organosol" refere-se a uma dispersão de partículas termoplásticas em um carreador líquido que inclui um solvente orgânico ou uma combinação de um solvente orgânico e um plastificante.

O termo "plastisol" refere-se a uma dispersão de partículas termoplásticas em um plastificante.

O termo "extremidades facilmente abertas" refere-se a uma extremidade de lata (tipicamente uma extremidade de um recipiente de alimentos ou bebidas) que inclui (i) uma porção de abertura frangível (que, para algumas extremidades de lata de bebidas funciona como um bico para beber) e (ii) uma porção rebitada para fixar uma aba de puxar à mesma com fins de abertura da porção de abertura frangível para acessar o produto alojado em uma lata ou recipiente.

O termo "sobre", quando usado no contexto de um revestimento aplicado sobre uma superfície ou substrato, inclui ambos os revestimentos aplicados direta ou indiretamente à superfície ou substrato. Desta forma, por exemplo, um revestimento aplicado a uma camada iniciadora que cobre um substrato constitui um revestimento aplicado sobre o substrato.

Exceto onde indicado em contrário, o termo "polímero" inclui ambos homopolímeros e copolímeros (isto é, polímeros de dois ou mais monômeros diferentes).

O termo "compreende" e as variações do mesmo não tem um significado limitador onde esses termos aparecem na descrição e reivindicações.

Os termos "preferido" e "preferivelmente" referem-se a modalidades da invenção que podem ter certos benefícios, sob certas circunstâncias. Entretanto, outras modalidades podem também ser

preferenciais, sob circunstâncias iguais ou diferentes. Além disso, a menção a uma ou mais modalidades preferenciais não implica que outras modalidades não sejam úteis, e não se destina a excluir outras modalidades do escopo da invenção.

Conforme é usado aqui, "um", "uma", "o", "a", "pelo menos um", e "um ou mais" são usados de maneira intercambiável. Portanto, por exemplo, uma composição de revestimento que compreender "um" aditivo pode ser interpretada como significando que a composição de revestimento inclui "um ou mais" aditivos.

Na presente invenção, menções a intervalos de número com extremos incluem todos os números contidos dentro desta faixa (por exemplo, 1 a 5 inclui 1, 1,5, 2, 2,75, 3, 3,80, 4, 5, etc.). Além disso, a descrição de uma faixa inclui a descrição de todas as subfaixas incluídas na faixa mais ampla (por exemplo, 1 a 5 apresenta 1 a 4, 1,5 a 4,5, 1 a 2, etc.).

DESCRIÇÃO DETALHADA

A presente invenção apresenta um polímero de poliéster-carbamato ("polímero PEC"), assim com uma composição de revestimento enrijecível, incluindo o polímero. Em modalidades preferenciais, a composição de revestimento inclui ambos o polímero PEC e uma dispersão termoplástica.

O polímero PEC da invenção pode ter qualquer configuração estrutural adequada, incluindo, por exemplo, uma cadeia principal de qualquer configuração apropriada. A cadeia principal pode ter configurações estruturais diferentes, dependendo de uma variedade de fatores, como os materiais usados para formar a cadeia principal e a finalidade desejada para o polímero. A cadeia principal pode incluir uma ou mais ligações de éster e/ou uma ou mais ligações de carbamato (ou uretano). De preferência, a cadeia principal é uma cadeia principal de poliéster-carbamato que inclui uma pluralidade de ligações de éster e carbamato.

A cadeia principal inclui, de preferência, pelo menos um segmento de polímero ou oligômero de poliéster e, com mais preferência, uma pluralidade de tais segmentos. Os segmentos de poliéster são tipicamente fixados em pelo menos uma extremidade a outra porção da cadeia principal através de uma ligação de carbamato. Em algumas modalidades, um ou mais segmentos de poliéster são fixados em cada extremidade através de uma ligação de carbamato a outras porções da cadeia principal de polímero. O segmento de poliéster pode ser fixado em uma ou mais extremidades através de uma ligação de carbamato a um segmento da cadeia principal fornecida por um composto de poliisocianato.

Os segmentos de cadeia principal de poliéster podem ser formados *in situ* durante a produção do polímero PEC ou podem ser fornecidos por um polímero ou oligômero de poliéster pré-formado. Em modalidades preferenciais, um oligômero ou polímero de poliéster hidroxila-funcional é usado para fornecer o(s) segmento(s) de poliéster. Se desejado, os segmentos de poliéster podem incluir ligações de polímero, cadeias laterais, e grupos finais não relacionados a componentes polióis e poliácidos simples. Em algumas modalidades, compostos alquídicos ou ácidos graxos podem ser úteis para formar os segmentos de poliéster e/ou o polímero PEC.

O polímero PEC inclui, de preferência, uma pluralidade de grupos funcionais pendentes e/ou terminais. Grupos funcionais adequados incluem, por exemplo, grupos de isocianato, grupos de isocianato bloqueados, grupos funcionais reativos a isocianato, grupo hidroxila, grupos oxirano, grupos insaturados (isto é, grupos que contêm uma ou mais ligação dupla de carbono-carbono não aromática (por exemplo, alifática)), grupos amino, grupo carboxila, e derivados ou combinações dos mesmos.

O polímero PEC inclui, de preferência pelo menos um grupo isocianato bloqueado, que pode ser ou desbloqueável ou não-desbloqueável. Um exemplo de um grupo isocianato desbloqueável é um grupo isocianato

bloqueado onde o grupo de bloqueio, sob condições de cura de filme adequadas, pode ou (i) desassociar para liberar um grupo isocianato livre (ou desbloqueado) ou (ii) ser deslocado ou substituído por outro grupo ou componente. Um exemplo de um grupo isocianato não-desbloqueável é um grupo isocianato bloqueado onde o grupo de bloqueio, sob condições de cura adequadas, não desassocia para liberar um grupo isocianato livre ou não é prontamente deslocado ou substituído por outro grupo ou componente.

A cadeia principal do polímero PEC inclui, de preferência pelo menos um grupo hidroxila terminal, e, com mais preferência, dois grupos hidroxila terminais. O polímero PEC tem, de preferência, um número hidroxila de pelo menos cerca de 5, com mais preferência pelo menos cerca de 10, e, com mais preferência ainda, pelo menos cerca de 15. De preferência, o polímero PEC tem um número de hidroxila menor que cerca de 200, com mais preferência menor que cerca de 150, e com mais preferência ainda menor que cerca de 100. Números de hidroxila são, tipicamente, expressos como miligramas de hidróxido de potássio (KOH) equivalente ao teor de hidroxila de 1 grama da substância contendo hidroxila. Os métodos para determinar os números de hidroxila são bem conhecidos na técnica. Consultar, por exemplo, ASTM D 1957 – 86 (Reaprovada em 2001) intitulada "Standard Test Method for Hydroxyl Value of Fatty Oils and Acids" e disponível junto à American Society for Testing and Materials International of West Conshohocken, Pensilvania, EUA.

O polímero PEC pode ser um polímero de auto-reticulação que inclui pelo menos dois grupos funcionais reativos complementares, de preferência pelo menos um dos quais é um grupo isocianato desbloqueável. Por exemplo, em uma modalidade presentemente preferível, o polímero PEC inclui (i) pelo menos um grupo isocianato desbloqueável e (ii) pelo menos um, e mais preferivelmente dois, grupos reativos a isocianato terminais e/ou pendentos (de preferência um grupo hidroxila, com mais preferência grupos

hidroxila terminais).

Os grupos isocianato desbloqueáveis, quando presentes, são, de preferência, capazes de desbloquear sob condições de cura de filme adequadas de modo que o polímero PEC possa reagir com um grupo hidroxila ou outro grupo do polímero PEC em si, outro polímero PEC, ou um reticulador opcional para formar uma ligação covalente. Isso pode ser alcançado, por exemplo, (i) através da liberação de um grupo isocianato livre ou (ii) através do deslocamento do grupo de bloqueio por um grupo do polímero PEC em si ou outro polímero ou composto. De preferência, pelo menos uma porção substancial, e com mais preferência, uma maioria, dos grupos isocianato desbloqueáveis são capazes de desbloquear durante a exposição às condições de cura de filme adequadas para uma composição de revestimento que contém o polímero PEC. Por exemplo, uma porção substancial (mais preferivelmente, uma maioria) dos grupos isocianato desbloqueáveis preferencialmente desbloqueiam quando um substrato de metal plano revestido com uma composição de revestimento que contém o polímero PEC é (a) aquecido em um forno a 190°C por cerca de 20 minutos ou (b) aquecido em um forno a 250°C por cerca de 10 segundos. Em uma modalidade, grupos isocianato desbloqueáveis preferíveis não desbloqueiam apreciavelmente à temperatura ambiente, com mais preferência não desbloqueiam apreciavelmente a uma temperatura de menos que cerca de 50°C, e com mais preferência ainda, não desbloqueiam apreciavelmente a uma temperatura de menos que cerca de 100°C.

Polímeros PEC de auto-reticulação preferíveis têm uma razão de equivalência de grupos isocianato desbloqueáveis para grupos hidroxila terminais de cerca de 0,1:1 a cerca de 10:1, com mais preferência cerca de 0,2:1 a cerca de 5:1, e ainda mais preferivelmente cerca de 0,5:1 a cerca de 2:1.

Em outra modalidade, o polímero PEC inclui um ou mais grupos oxirano, e com mais preferência, uma pluralidade de grupos oxirano

pendentes. Em tal modalidade, um ou mais grupos oxirano pendentes são fornecidos sob a forma de grupos isocianatos não-desbloqueáveis. Tais grupos não desbloqueáveis podem ser produzidos, por exemplo, ao reagir um grupo isocianato com um agente de bloqueio como glicidol. Enquanto não se tem
5 como intenção se ater a qualquer teoria, acredita-se que o um ou mais grupos oxiranos auxiliem na estabilização de materiais termoplásticos, como PVC e purifiquem os produtos de degradação (por exemplo, HCl) resultantes da degradação dos materiais termoplásticos.

O peso molecular do polímero PEC pode variar dependendo da
10 escolha de material e da finalidade desejada. Em modalidades preferenciais, o polímero PEC tem um peso molecular numérico médio (P_m) de pelo menos cerca de 1.000, com mais preferência pelo menos cerca de 1.500, e, com mais preferência ainda, pelo menos sobre 3.000. De preferência, o P_m do polímero PEC é de menos que cerca de 20.000, com mais preferência menos que cerca
15 de 15.000, e com mais preferência ainda menos que cerca de 10.000.

O polímero PEC é, de preferência, um produto de reação de componentes incluindo um oligômero ou polímero de poliéster, com mais preferência um oligômero ou polímero de poliéster hidroxila funcional, e com mais preferência ainda um oligômero ou polímero de poliéster terminado com
20 hidroxila. Polímeros ou oligômeros de poliéster hidroxila-funcional preferenciais têm um número de hidroxila de cerca de 15 a cerca de 200, com mais preferência cerca de 25 a cerca de 150, e com mais preferência ainda cerca de 35 a cerca de 115.

Em uma modalidade presentemente preferível, o polímero
25 PEC é um produto de reação de um poliisocianato parcialmente bloqueado e um polímero ou oligômero de poliéster terminado em hidroxila. A razão de equivalência dos grupos isocianato livres no poliisocianato parcialmente bloqueado para grupo hidroxila no polímero ou oligômero de poliéster terminado em hidroxila é, de preferência, de menos que 1:1, com mais

preferência cerca de 0,25:1 a cerca de 0,9:1, e com mais preferência ainda cerca de 0,5:1 a cerca de 0,8:1.

O peso molecular do polímero ou oligômero de poliéster pode variar amplamente dependendo, por exemplo, do peso molecular desejado do polímero PEC e/ou do número de moléculas de poliisocianato a serem incorporadas no polímero PEC. Por exemplo, para preparar um polímero PEC que tem um peso molecular desejado, duas moléculas de um polímero ou oligômero de poliéster que têm um peso molecular de "X" poderiam ser usadas ou, alternativamente, quatro moléculas de um polímero ou oligômero de poliéster que têm um peso molecular de metade de X poderiam ser usadas. Em certas modalidades preferenciais, o polímero ou oligômero de poliéster tem um peso molecular numérico médio (P_m) de, de preferência, cerca de 500 a cerca de 10.000, com mais preferência, cerca de 750 a cerca de 7.000, e com mais preferência ainda cerca de 1.000 a cerca de 5.000.

Exemplos de ácidos policarboxílicos adequados para uso na formação de porções de poliéster do polímero PEC, ou precursores do mesmo, incluem ácidos dicarboxílicos e poliácidos que têm funcionalidade ácida mais alta (por exemplo, ácidos tricarboxílicos, ácidos tetracarboxílicos, etc.), precursores ou derivados dessas substâncias (por exemplo, um derivado esterificável de um ácido policarboxílico, como um éster dimetila ou anidrido), ou misturas dos mesmos. Diácidos são presentemente preferíveis. Ácidos policarboxílicos adequados podem incluir, por exemplo, ácido maleico, ácido fumárico, ácido succínico, ácido adípico, ácido ftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido metiltetrahidroftálico, ácido hexahidroftálico, ácido metilhexahidroftálico, ácido endometilenetetrahidroftálico, ácido azeláico, ácido sebáico, ácido tetrahidroftálico, ácido isoftálico, ácido trimelítico, ácido tereftálico, ácido naftaleno dicarboxílico, ácido ciclohexano-dicarboxílico, ácido glutárico, ácidos dímero graxos, anidridos ou derivados desses itens e misturas dos mesmos. Se desejado, adutos de compostos de

poliácido (por exemplo, triácidos, tetraácidos, etc.) e compostos monofuncionais podem ser usados. Um exemplo de tal aduto é anidrido piromelítico pré-reagido com álcool de benzila.

Exemplos de polióis adequados para uso na formação de porções de poliéster do polímero PEC, ou precursores do mesmo, incluem dióis, polióis que têm 3 ou mais grupos hidroxila (por exemplo, trióis, tetraóis, etc.), e combinações dos mesmos. Dióis são presentemente preferíveis. Polióis adequados podem incluir, por exemplo, etileno glicol, propileno glicol, 1,3-propanodiol, glicerol, dietileno glicol, dipropileno glicol, trietileno glicol, trimetilol propano, trimetiloletano, tripropileno glicol, neopentila glicol, pentaeritritol, 1,4-butano diol, hexileno glicol, cicloexano dimetanol, um polietileno ou polipropileno glicol, isopropilideno bis (p-fenileno-oxipropanol-2), e misturas dos mesmos. Se desejado, aduto de composto de polioliol (por exemplo, trióis, tetraóis, etc.) e compostos monofuncionais podem ser usados. Um exemplo de tal aduto é dipentaeritritol pré-reagido com ácido benzóico.

Conforme discutido acima, o polímero PEC é, de preferência, um produto de reação de ingredientes incluindo um ou mais poliisocianato. Qualquer poliisocianato adequado pode ser empregado, incluindo compostos que têm 2 ou mais, 3 ou mais, ou 4 ou mais grupos isocianato bloqueados e/ou livres. Em uma modalidade, o composto de poliisocianato é um "trímero" trifuncional, isto é, um produto de trimerização preparado a partir de três moléculas de di-isocianato padrão. Em outra modalidade, o composto de poliisocianato é um trímero preparado a partir de uma média de três moles de di-isocianato (por exemplo, HMDI) reagido com um mole de outro composto como, por exemplo, um triol (por exemplo, trimetilol propano). Di-isocianatos adequados para o uso sozinho, ou na formação de um trímero, podem incluir isoforona di-isocianato (isto é, 5-isocianato-1-isocianatometil-1,3,3-trimetilciclohexano); 5-isocianato-1-(2-isocianatoet-1-ila)-1,3,3-

trimetilciclohexano; 5-isocianato-1-(3-isocianatoprop-1-ila)-1,3,3-
 trimetilciclohexano; 5-isocianato-(4-isocianatobut-1-ila)-1,3,3-
 trimetilciclohexano; 1-isocianato-2-(3-isocianatoprop-1-ila)ciclohexano; 1-
 isocianato-2-(3-isocianatoet-1-ila)ciclohexano; 1-isocianato-2-(4-isoci-
 5 anatobut-1-ila)ciclohexano; 1,2-di-isocianatociclobutano; 1,3-di-
 isocianatociclobutano; 1,2-di-isocianatociclopentano; 1,3-di-
 isocianatociclopentano; 1,2-di-isocianatociclohexano; 1,3-di-
 isocianatociclohexano; 1,4-di-isocianatociclohexano; diciclohexilmetano 2,4'-
 di-isocianato; trimetileno di-isocianato; tetrametileno di-isocianato;
 10 pentametileno di-isocianato; hexametileno di-isocianato; etiletileno di-
 isocianato; trimetilhexano di-isocianato; heptametileno di-isocianato; 2-
 heptil-3,4-bis(9-isocianatononil)-1-pentil- ciclohexano; 1,2-, 1,4-, e 1,3-
 bis(isocianatometil)ciclohexano; 1,2-, 1,4-, e 1,3-bis(2-isocianatoet-1-
 15 ila)ciclohexano; 1,3-bis(3-isocianatoprop-1-ila)ciclohexano; 1,2-, 1,4- e 1,3-
 bis(4-isocianatobuti-1-ila)ciclohexano; bis(4-isocianatociclohexil)-metano
 líquido; e derivados ou misturas dos mesmos. Isocianatos alifáticos são
 presentemente preferíveis, com di-isocianato de isoforona ("IPDI") e
 hexametileno isocianato (HMDI) sendo particularmente preferíveis.

De preferência, o poliisocianato é um poliisocianato
 20 parcialmente bloqueado. Poliisocianatos parcialmente bloqueados preferíveis
 contêm, em média, pelo menos cerca de 1,5, com mais preferência, cerca de
 pelo menos 1,8, e, com mais preferência ainda, pelo menos cerca de 2 grupos
 isocianato livres (ou desbloqueados) por molécula de poliisocianato
 parcialmente bloqueado. O poliisocianato parcialmente bloqueado contém,
 25 preferivelmente, em média, menos que cerca de 3, com mais preferência
 menos que cerca de 2,5, e com ainda mais preferência, menos que cerca de
 2,2 grupos isocianato livres (ou desbloqueados) por molécula de
 poliisocianato parcialmente bloqueado.

Trímeros de isocianato parcialmente bloqueados são

preferivelmente compostos de poliisocianato para a produção do polímero PEC da invenção. Enquanto não há intenção de se ater a qualquer teoria, o uso de um trímero de isocianato parcialmente bloqueado pode fornecer um ou mais dos seguintes benefícios: (i) segurança melhorada para o manuseio do pessoal do trímero de isocianato se comparado aos di-isocianatos, (ii) incorporação de sítios de reticulação adicionais no polímero PEC, (iii) evitar a geleificação durante a produção do polímero PEC, e/ou (iv) economia de custo de fabricação devido ao tempo de processamento reduzido na obtenção de um polímero de poliéster que tem um peso molecular alto adequado.

10 Poliisocianato preferível parcialmente bloqueado contém, em média, pelo menos cerca de 0,5, com mais preferência pelo menos cerca de 0,7, e, com mais preferência ainda, pelo menos cerca de 1 grupo isocianato bloqueado por molécula de poliisocianato parcialmente bloqueado. Os grupos isocianatos bloqueados de pelo menos poliisocianato parcialmente bloqueado
15 pode ser qualquer combinação adequada de grupos isocianato desbloqueados e/ou não-desbloqueáveis. Em algumas modalidades, todos ou substancialmente todos os grupos isocianato bloqueados e desbloqueados, enquanto em outras modalidades, todos ou substancialmente todos os grupos isocianatos são não-desbloqueáveis.

20 Em uma presente modalidade preferível, o poliisocianato parcialmente bloqueado é um composto de trímero que tem dois grupos isocianato livres e um grupo isocianato bloqueado.

 Exemplos de agentes adequados para o bloqueio de grupos isocianato incluem fenóis, como fenol, cresol, xilenol, etilfenol, t-butilfenol,
25 ácido hidróxi benzóico e éster desse ácido, ou 2,5-di-tert-butil-4-hidróxi tolueno; lactamas, como ϵ -caprolactama, δ -valerolactama, γ -butirolactama ou β -propiolactama; compostos metilênicos ativos, como malonato de dietila, malonato de dimetila, etil ou metil acetoacetato, ou acetilacetona; alcoóis, como etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, t-butanol, n-

amila álcool, t-amila álcool, etileno glicol monometil éter, etileno glicol monoetil éter, etileno glicol monopropil éter, etileno glicol monobutil éter, dietileno glicol monometil éter, dietileno glicol monoetil éter, propileno glicol monometil éter, metóximetanol, ácido glicólico, ésteres glicólicos, ácido láctico, ésteres lácticos, metilolur, metilolmelamina, ou diacetona álcool; amidas, como acetoanilida, acetoanisidinamida, acrilamida, metacrilamida, acetamida, estearamida ou benzamida; imida, como succinimida, ftalimida ou maleimida; aminas, como difenilamina, fenilnaftilamina, xilidina, N-fenilxilidina, carbazol, anilina, naftilamina, butilamina, dibutilamina ou butilfenilamina; imidazóis, como imidazol ou 2-etilimidazol; uréias, como uréias, tiouréia, etilenouréia, etilenotiouréia ou 1,3-difeniluréia; carbamato, como fenil N-fenilcarbamato ou 2-oxazolidona; iminas, como etilenoimina; oximas, como acetona oxima, formaldoxima, acetaldoxima, acetoxima, metil etil cetoxima, di-isobutil cetoxima, diacetil monoxima, benzofenona oxima ou cloroheptanona oximas; sais de ácido sulfuroso, como bissulfito de sódio ou bissulfeto de potássio; ésteres hidroxâmicos, como benzila metacrilohidroxamato (BMH) ou alila metacrilohidroxamato; pirazóis substituídos e triazóis; compostos contendo oxirano, como glicidol; outros compostos que contêm um ou mais grupos que são reativos com grupos isocianato e um ou mais grupos não ou menos reativos com grupos isocianato (por exemplo, acrilamida, amino alcoóis, ácidos álcool, aminoácidos, etc.); ou misturas dos mesmos. Os agentes de bloqueio presentemente preferíveis incluem glicidol, e-caprolactama, metil etila cetoxima (MEKO), diisopropilamina (DIPA), e misturas dos mesmos.

Os agentes de bloqueio presentemente preferíveis para a formação de grupos isocianato desbloqueáveis incluem e-caprolactama, DIPA, MEKO, e misturas dos mesmos. Os agentes de bloqueio presentemente preferíveis para a formação de grupos isocianato não-desbloqueáveis incluem glicidol, acrilato de hidroxietil, e misturas dos mesmos.

O polímero PEC pode ser formado com o uso de qualquer quantidade adequada de um ou mais oligômeros ou polímeros de poliéster e um ou mais compostos de poliisocianato parcialmente bloqueados. Em certas modalidades preferíveis, o polímero PEC inclui um ou mais polímeros ou oligômeros de poliéster em uma quantidade de cerca de 10 a cerca de 99 por cento, em peso, ("% em peso"), mais preferivelmente de cerca de 25 a cerca de 95%, em peso, e, com mais preferência ainda, de cerca de 50 a cerca de 90%, em peso, com base no peso não-volátil total dos reagentes usados para formar o polímero PEC. Em certas modalidades preferenciais, o polímero PEC inclui um ou mais poliisocianatos (com mais preferência um ou mais poliisocianatos parcialmente bloqueados e com mais preferência ainda um ou mais trímeros de poliisocianato parcialmente-bloqueados) em uma quantidade de cerca de 1 a cerca de 90% em peso, com mais preferência de cerca de 5 a cerca de 75% em peso, e, com mais preferência ainda, de cerca de 10 a cerca de 50% em peso, com base no peso não-volátil total dos reagentes usados para formar o polímero PEC.

A invenção fornece, ainda, a composição de revestimento adequada para revestir uma variedade de substratos incluindo, por exemplo, as superfícies interior ou exterior de artigos de acondicionamento de alimentos ou bebidas. A composição de revestimento da invenção é particularmente útil conforme uma ou mais camadas de um revestimento que entra em contato com alimento de mono-revestimento ou multi-revestimento são aplicadas a pelo menos uma porção de um substrato metálico de um recipiente de acondicionamento de alimentos ou bebidas.

Certas composições de revestimentos da invenção, incluindo composições de revestimentos curadas e não-curadas, são de preferência substancialmente isentas, com mais preferência essencialmente isentas, com mais preferência ainda essencialmente completamente isentas, e otimamente completamente isentas de pelo menos um, e com mais preferência, ambos

dentre:

(A) compostos de bisfenol móvel A (BPA) e glicidil éter aromático (por exemplo, glicidil éteres de bisfenol A (BADGE), diglicidil éteres de bisfenol F (BFDGE), e epóxi novalaca); ou

5 (B) compostos de BPA ligado e glicidil éter aromático (por exemplo, BADGE, BFDGE e epóxi novalaca).

Além disso, em algumas modalidades, as composições de revestimentos da invenção são isentas (isto é, não contêm quaisquer quantidade mensuráveis) ou substancialmente isentas de um ou mais (isto é, 10 dois, três, ou quatro) dos compostos C a F abaixo. (A definição previamente fornecida na seção Definições Seleccionadas para a expressão "substancialmente isento" não se aplica no contexto dos seguintes compostos C a F.)

(C) compostos que contêm formaldeído extraíveis (por exemplo, reticuladores com base em formaldeído móveis);

15 (D) compostos que contêm formaldeído ligado;

(E) compostos que contêm oxirano (por exemplo, BADGE, BFDGE, epóxi novolaca, e óleos epoxidados); ou

(F) certos compostos que contêm estanho, como mercaptanas de estanho e carboxilato de estanho.

20 Em uma modalidade presentemente preferível, a invenção apresenta um revestimento que, quando adequadamente curado, contém menos que cerca de 200 partes por bilhão ("ppb"), com mais preferência menos que cerca de 100 ppb, com mais preferência ainda menos que cerca de 50 ppb, e otimamente menos que cerca de 10 ppb de compostos que contêm 25 isocianato extraível. Um exemplo de pelo menos uma metodologia de teste útil para determinar a quantidade de compostos que contêm isocianato extraível presente em um revestimento é fornecido abaixo na seção de Métodos de Teste.

Polímeros PEC preferíveis são pelo menos substancialmente

"isentos de epóxi", com mais preferência "isentos de epóxi". O termo "isento de epóxi", quando usado aqui no contexto de um polímero, refere-se a um polímero que não inclui quaisquer "segmentos principais de cadeia epóxi" (isto é, segmentos formados a partir de uma reação de um grupo epóxi e um grupo reativo com um grupo epóxi). Portanto, por exemplo, um polímero produzido a partir de ingredientes que incluem uma resina epóxi não seria considerado isento de epóxi. De maneira similar, um polímero que tem segmentos de cadeia principal que são o produto de reação de um bisfenol (por exemplo, bisfenol A, bisfenol F, bisfenol S, 4,4'-dihidroxi bisfenol, etc.) e uma halohidrina (por exemplo, epicloridrina) não seria considerado como isento de epóxi. Entretanto, um polímero de vinila formado a partir de monômeros de vinila e/ou oligômeros que incluem uma porção de epóxi (por exemplo, metacrilato de glicidila) seria considerado como isento de epóxi porque o polímero de vinila seria isento de segmentos de cadeia principal de epóxi. Em algumas modalidades, a composição de revestimento da invenção é isenta de epóxi, ou pelo menos substancialmente isenta de epóxi.

A composição de revestimento da invenção pode incluir qualquer quantidade adequada de polímero PEC pra produzir o resultado desejado. Em modalidades preferenciais, a composição de revestimento inclui pelo menos cerca de 15, com mais preferência pelo menos cerca de 20, e, com mais preferência ainda, pelo menos cerca de 25% em peso de polímero PEC, com base no total de peso não-volátil da composição de revestimento. De preferência, as composições de revestimento incluem menos que cerca de 65, com mais preferência menos que cerca de 60, e com mais preferência ainda menos que cerca de 55% em peso do polímero PEC, com base no peso não-volátil total da composição de revestimento.

As composições de revestimentos preferíveis da invenção incluem o polímero PEC em combinação com um material termoplástico. Enquanto não se tem como intenção ser ligado por qualquer teoria, acredita-se

que modalidades preferenciais do polímero PEC são capazes de estabilizar certos materiais termoplásticos (por exemplo, PVC) para evitar ou diminuir a degradação do material termoplástico ou um revestimento curado resultante do mesmo. Além disso, acredita-se, também, que os polímeros PEC preferíveis podem funcionar como um plastificante em tais composições.

Tais composições de revestimento incluem, de preferência, pelo menos cerca de 10, com mais preferência pelo menos cerca de 15, e, com mais preferência ainda, pelo menos cerca de 20% em peso do material termoplástico, com base no total de peso não-volátil da composição de revestimento. A composição de revestimento inclui, de preferência menos que cerca de 80, com mais preferência, menos que cerca de 70, e ainda mais preferivelmente menos que cerca de 65% em peso de material termoplástico, com base no total de peso não-volátil da composição de revestimento.

Exemplos de materiais termoplásticos adequados incluem poliolefinas halogenadas, que incluem, por exemplo, copolímeros e homopolímeros de cloreto de vinila, vinilidene fluoreto, policloropreno, policloroisopreno, polclorobutileno, e combinações dos mesmos. PVC é um material termoplástico particularmente preferível. O material termoplástico tem, de preferência, um peso molecular numérico médio (M_n) de cerca de 40.000 a cerca de 300.000; com mais preferência de cerca de 75.000 a cerca de 200.000; e, com mais preferência ainda, de cerca de 100.000 a cerca de 150.000.

Em aplicações que envolvem revestimentos de acondicionamento, partículas termoplásticas de grau de dispersão são preferíveis, onde as partículas variam em tamanho de maior que 0 a cerca de 5 micra, com base no diâmetro de partícula mediano de média volumétrica. Outros tamanhos, entretanto, podem ser usados como, por exemplo, partículas termoplásticas de grau de não-dispersão que variam em tamanho de cerca de 5 a cerca de 100 micra, com base no diâmetro de partícula mediano de média volumétrica.

O material termoplástico é, de preferência, disperso em um carreador líquido para formar uma dispersão termoplástica. Exemplos de carreadores líquidos adequados incluem um solvente orgânico, um plastificante, ou misturas dos mesmos. Solventes orgânicos adequados podem incluir solventes polares como cetonas (por exemplo, MIBK e DIBK), glicol éteres, alcoóis, hidrocarbonetos alifáticos, hidrocarbonetos aromáticos, ou misturas dos mesmos. Em algumas modalidades, pode ser vantajoso escolher um solvente que tenha uma afinidade com o material termoplástico e/ou um que possa inchar as partículas termoplásticas para facilitar a estabilidade de armazenamento da composição líquida de revestimento. Carreadores líquidos preferíveis exibem volatilidade o suficiente para substancialmente evaporar da composição de revestimento durante o processo de cura.

A composição de revestimento preferível inclui pelo menos cerca de 35, mais preferivelmente pelo menos cerca de 40, e, com mais preferência ainda, pelo menos cerca de 45% em peso de sólidos, com base no peso total da composição de revestimento. De preferência, a composição de revestimento inclui menos que pelo menos 80, com mais preferência menos que cerca de 70, e com mais preferência ainda menos que cerca de 65% em peso de sólidos, com base no peso total da composição de revestimento.

Em algumas modalidades, as composições de revestimentos da invenção são organosóis ou plastisóis. Os organosóis úteis nas composições da invenção incluem, por exemplo, organosóis de vinila. Um "organosol de vinila", conforme usado aqui, é uma dispersão de polímeros de cloreto de vinila (de preferência polímeros de cloreto de vinila de alto peso molecular) em um carreador líquido.

Em algumas modalidades, a composição de revestimento da invenção pode ser formulada com o uso de um ou mais agentes de cura, incluindo, por exemplo, um ou mais reticuladores. A escolha de um reticulador particular depende, tipicamente, do produto particular sendo

formulado. Por exemplo, algumas composições de revestimento são altamente coloridas (por exemplo, revestimentos de cor dourada). Esses revestimentos podem, tipicamente, ser formulados com o uso de reticuladores que tendem a ter uma cor amarelada. Em contraste, revestimentos brancos são, em geral, formulados com o uso de reticuladores não-amarelantes, ou apenas uma pequena quantidade de um reticulador amarelante.

Para a composição de revestimento da invenção que emprega uma modalidade de auto-reticulação do polímero PEC, pode não ser necessário ou desejável incluir um agente de cura separado como um reticulador. Por exemplo, se um revestimento for desejado que seja pelo menos substancialmente isento de compostos que contêm formaldeído móvel e/ou ligado, pode ser vantajoso alcançar a reticulação adequada através do uso de um polímero PEC auto-reticulável sozinho e/ou através do uso de uma quantidade adequada de reticulador que não contém formaldeído. Em certas modalidades, a reticulação adequada pode ser alcançada com o uso do polímero PEC sozinho sem a assistência de quaisquer reticuladores externos. De maneira similar, se um revestimento reticulado de isocianato for desejável, a incorporação de grupos isocianato desbloqueáveis em um polímero PEC de auto-reticulação da invenção pode fornecer um revestimento curado que exhibe a migração reduzida (ou substancialmente nenhuma migração) de compostos de isocianato móveis devido aos compostos de isocianato sendo ligados ao polímero PEC.

Quando presentes, a concentração de um ou mais reticuladores opcionais pode variar, dependendo do resultado desejado. Por exemplo, em algumas modalidades, a composição de revestimento pode conter de cerca de 0,01% a cerca de 30% em peso, com mais preferência de cerca de 0,5% a cerca de 25% em peso, ou com mais preferência ainda de cerca de 3% em peso a cerca de 20% em peso de um ou mais reticuladores, em peso, de materiais não-voláteis na composição de revestimento.

Qualquer reticulador adequado pode ser usado. Por exemplo, reticuladores fenólicos (por exemplo, fenoplastos), reticuladores de amino (por exemplo, aminoplastos), e combinações dos mesmos, podem ser usados.

Exemplos de reticuladores fenólicos adequados (por exemplo, fenoplastos) incluem os produtos de reação de aldeídos com fenóis. O formaldeído e acetaldeído são aldeídos preferíveis. Exemplos de fenóis adequados que podem ser empregados incluem fenol, cresol, p-fenilfenol, p-tert-butilfenol, p-tert-amilfenol, ciclopentilfenol, ácido cresílico, BPA (não predentemente preferido), e combinações dos mesmos. Exemplos de compostos fenólicos adequados disponíveis comercialmente incluem os produtos BAKELITE 6535LB, 6581 LB, e 6812LB (cada um disponível junto à Hexion Specialty Chemicals GmbH), DUREZ 33162 (Durez Corporation, Addison, TX), PHENODUR PR 285 55/IB/B e PR 897 (cada um disponível junto à CYTEC Surface Specialties, Smyrna, GA), e SANTOLINK EP 560.

Resinas reticuladoras de amino (por exemplo, aminoplastos) são tipicamente o produto da condensação de aldeído (por exemplo, como formaldeído, acetaldeído, crotonaldeído e benzaldeído) com substâncias que contêm amino- ou grupo amido (por exemplo, uréia, melamina e benzoguanamina). Resinas reticuladoras de amino adequadas incluem, por exemplo, resinas à base de benzoguanamina-formaldeído, resinas à base de em melamina-formaldeído (por exemplo, hexametonimetil melamina), melamina etereficada-formaldeído, resinas à base de uréia-formaldeído, e misturas dos mesmos.

Produtos da condensação de outras aminas e amidas podem, também, ser empregados como, por exemplo, condensados de aldeído de triazinas, diazinas, triazóis, guanadinas, guanaminas e melaminas substituídas por alquila- e arila. Alguns exemplos de tais compostos são N,N'-dimetil uréia, benzouréia, diciandimida, formaguanamina, acetoguanamina, glicolurila, amelina 2-cloro-4,6-diamino-1,3,5-triazina, 6-metil-2,4-diamino-

1,3,5-triazina, 3,5-diaminotriazol, triaminopirimidina, 2-mercapto-4,6-diaminopirimidina, 3,4,6-tris(etilamino)-1,3,5-triazina, e similares. Enquanto o aldeído empregado é tipicamente formaldeído, outros produtos de condensação similares podem ser feitos de outros aldeídos, como acetaldeído, crotonaldeído, acroleína, benzaldeído, furfural, glioxal e similares, e misturas dos mesmos.

Resinas reticuladoras de amino adequadas comercialmente disponíveis incluem, Por exemplo, CYMEL 301, CYMEL 303, CYMEL 370, CYMEL 373, CYMEL 1131, CYMEL 1125, e CYMEL 5010 (todas disponíveis junto à Cytec Industries Inc., West Patterson, NJ, EUA); o produto MAPRENAL MF 980 (Cytec Industries Inc.); e Uramex BF 892 (disponível junto à DSM, Países Baixos).

A composição de revestimento também pode incluir um catalisador para aumentar a taxa de cura. Se usado, um catalisador está, de preferência, presente em uma quantidade de cerca de 0,05% a cerca de 1% em peso, e, com mais preferência, de cerca de 0,1% a cerca de 0,5% em peso de materiais não-voláteis. Exemplos de catalisadores adequados para o uso na cura de um ou mais reticuladores opcionais podem incluir catalisadores ácidos como ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido dinonilnaftaleno dissulfônico (DNNSA), ácido dodecil benzeno dissulfônico (DDBSA), ácido p-tolueno sulfônico (p-TSA), ácido dinonilnaftaleno dissulfônico (DNNDSA), ácido fenil fosfato (PAP), ácido alquil fosfato (AAP) e similares, e misturas dos mesmos. Exemplos de catalisadores adequados para uso na cura de polímeros PEC de auto-reticulação da invenção incluem aminas terciárias, certos compostos metálicos (por exemplo, estanho, bismuto, etc.), ou misturas dos mesmos.

Se desejado, a composição de revestimento da invenção pode, opcionalmente, incluir outros aditivos que não afetam adversamente a composição de revestimento ou um revestimento curado resultante da mesma.

Os aditivos opcionais são de preferência pelo menos substancialmente isentos de compostos de éter cíclico aromáticos e BPA móveis e/ou ligados (por exemplo, BADGE, BFDGE e compostos de epóxi novalaca). Aditivos adequados incluem, por exemplo, aqueles que melhoram a processabilidade ou fabricabilidade da composição, melhoraram a estética da composição, ou melhoram uma propriedade ou característica funcional específica particular da composição de revestimento ou da composição curada resultante da mesma, como adesão a um substrato. Aditivos que possam ser incluídos são carreadores, emulsificantes, pigmentos, pós ou pastas metálicas, preenchantes, auxílios anti-migração, microbicidas, extensores, agentes de cura, lubrificantes, coalescentes, agentes umectantes, biocidas, plastificantes, agentes de reticulação, agentes anti-espumantes, corantes, ceras, antioxidantes, agentes anti-corrosão, agentes para controle de fluxo, agentes tixotrópicos, dispersantes, promotores de adesão, estabilizantes de UV, agentes sequestrantes, ou combinações dos mesmos. Cada ingrediente opcional pode ser incluído em uma quantidade suficiente para servir seu propósito previsto, mas, de preferência, não em tal quantidade para afetar adversamente uma composição de revestimento ou um revestimento curado resultante do mesmo.

Plastificantes também podem ser incorporados na dispersão termoplástica. Solventes orgânicos adicionais podem ser adicionados como diluentes (por exemplo, solventes aromáticos) para alterar as características de aplicação e ajustar a viscosidade e a fluidez para a facilidade de processamento e aplicação.

As dispersões termoplásticas podem ser preparadas com o uso de qualquer método adequado para fornecer suspensão e dispersão o suficiente de partículas incluídas nas mesmas. Exemplos de métodos de processo adequados incluem mistura em solução, dispersão em alta velocidade, moagem em alta velocidade, e similares. Uma dispersão

substancialmente homogênea de partículas pelo carreador líquido indica, tipicamente, uma mistura ou combinação adequada. As partículas termoplásticas permanecem substancialmente não dissolvidas no carreador líquido.

5 Para preparar certas composições de revestimento de organosol da invenção, uma dispersão termoplástica é, em geral, feita em uma primeira etapa (uma fase de dispersão) onde a composição é espessada e tem de cerca forma mais sólidos do que a fase subsequente, frequentemente chamada de "afinamento", onde os componentes adicionais (por exemplo, o
10 polímero PEC) são agitados em uma taxa mais lenta. Exemplos de métodos do processo adequados incluem a mescla, mistura, agitação por pá, etc.

Os revestimentos curados da invenção de preferência aderem bem ao metal (por exemplo, aço, aço isento de estanho (TFS), placa de estanho, placa de estanho eletrolítica (ETP), alumínio, etc.) e fornecem altos
15 níveis de resistência à corrosão ou degradação que possa ser causada por exposição prolongada a, por exemplo, produtos de alimentos ou bebidas. Os revestimentos podem ser aplicados a quaisquer superfícies adequadas, incluindo superfícies internas de recipientes, superfícies externas de recipientes, extremidades de recipientes, e combinações dos mesmos.

20 Revestimentos curados da invenção são particularmente bem adequados como revestimentos aderentes para latas ou recipientes de metal, embora muitos outros tipos de artigos possam ser revestidos. Exemplos de tais artigos incluem tampas (incluindo, por exemplo, superfícies internas de tampas rosqueadas para recipientes de alimentos e bebidas); coroas internas;
25 latas de duas ou três partes (incluindo, por exemplo, recipientes de alimentos e bebidas); latas extraídas rasas; latas extraídas profundas (incluindo, por exemplo, latas de alimentos de extração e re-extração de multi-estágio); extremidades de latas (incluindo, por exemplo, extremidades de lata de fácil abertura); recipientes de aerossol de monobloco; e recipientes industriais

gerais, latas, e extremidades de latas.

Composições de revestimento preferíveis da invenção são particularmente adequadas para o uso na formação de revestimentos de contato com alimentos. De preferência, os revestimentos curados são retortáveis quando empregados em aplicações de recipiente de alimento e bebida. Revestimentos curados preferíveis são capazes de suportar condições de temperaturas elevadas frequentemente associadas a processos em retorta ou outros processos de esterilização ou preservação de alimentos ou bebida. Revestimentos curados particularmente preferíveis exibem resistência melhorada a tais condições enquanto estão em contato com produtos de alimentos ou bebida que exibem uma ou mais propriedades químicas agressivas (ou corrosivas) sob tais condições. Exemplos de tais produtos de alimentos ou bebida agressivos podem incluir produtos com base em carne, produtos com base em leite, produtos com base em fruta, bebidas energéticas, e produtos ácidos ou acidificados.

A composição de revestimento da invenção pode ser aplicada em um único revestimento, ou monorevestimento, sistema ou pode constituir uma ou mais camadas de um sistema de multi-revestimento. A composição de revestimento pode ser aplicada, por exemplo, ou diretamente a uma superfície de um substrato ou a um ou mais revestimentos intermediários (por exemplo, revestimentos de adesão) aplicados ao substrato. Exemplos de revestimentos de adesão podem incluir revestimentos de adesão epóxi-fenólico, revestimentos de adesão de poliéster (incluindo, por exemplo, revestimentos de adesão poliéster-fenólico, revestimentos de adesão com base em poliéster-carbamato (com ou sem reticuladores externos), e combinações dos mesmos. Um exemplo de um revestimento de adesão epóxi-fenólico adequado é uma composição que inclui de cerca de 60 a cerca de 90%, em peso, de resina epóxi e de cerca de 10 a cerca de 40% em peso de resina fenólica, em peso, de não-voláteis na composição de revestimento. Um exemplo específico de um

revestimento de adesão poliéster-fenólico adequado é uma composição que inclui cerca de 60 a 80% em peso de não-voláteis de um ou mais poliésteres e cerca de 20 a 40% em peso de não-voláteis de uma ou mais resinas fenólicas. O revestimento de adesão de poliéster pode, opcionalmente, incluir reticuladores como, por exemplo, resinas aminoplásticas ou isocianatos bloqueados.

Em algumas modalidades, a composição de revestimento pode ser aplicada como um revestimento de topo (incluindo, por exemplo, como um revestimento de topo de contato com alimento) sobre um ou mais revestimentos de adesão aplicados em, por exemplo, uma superfície interior ou exterior de uma extremidade de lata de abertura fácil. Em outras modalidades, a composição de revestimento da invenção pode ser aplicada como um mono-revestimento diretamente em, por exemplo, uma superfície de lata de alimento de três partes ou de extração rasa, coroa da garrafa, ou recipiente de aerosol de monobloco.

A composição de revestimento pode ser aplicada a um substrato com o uso de qualquer procedimento adequado, como revestimento por aspersão, revestimento por cilindro, revestimento por bobina, revestimento por cortina, revestimento por imersão, revestimento por menisco, revestimento com rolo de contato, revestimento da lâmina, revestimento por faca, revestimento por imersão, revestimento por extrusão por contato, revestimento por deslizamento, e similares, assim como outros tipos de revestimento pré-medido. Em uma modalidade, onde o revestimento é usado para revestir folhas de metal ou bobinas, o revestimento pode ser aplicado por revestimento por cilindro.

A composição de revestimento pode ser aplicada em um substrato anteriormente, ou após, a transformação do substrato em um artigo. Em algumas modalidades, pelo menos uma porção do substrato é revestida com uma camada da composição de revestimento da invenção, que é, então,

curada antes que o substrato seja transformado em um artigo.

Após aplicar a composição de revestimento sobre um substrato, a composição pode ser curada com o uso de uma variedade de processos, incluindo, por exemplo, assamento em forno ou por métodos convencionais ou de condução de calor, ou qualquer outro método que forneça uma temperatura elevada que, de preferência, permita que as partículas do material termoplástico se fundam juntas. O processo de cura pode ser realizado ou em etapas discretas ou combinadas. Por exemplo, os substratos podem ser secos à temperatura ambiente para deixar a composição de revestimento em um estado amplamente não reticulado. Os substratos revestidos podem, então, ser aquecidos para curar totalmente as composições. Em certos exemplos, a composição de revestimento da invenção pode ser seco e curado em uma etapa.

O processo de cura pode ser realizado em qualquer temperatura adequada, incluindo, por exemplo, temperaturas de forno na faixa de cerca de 177°C a cerca de 232°C. A extremidade superior da temperatura de cura adequada, entretanto, pode mudar dependendo da temperatura de decomposição do material termoplástico empregado em uma modalidade particular. PVC, por exemplo, começa tipicamente a degradar em cerca de 188°C, enquanto outros materiais podem degradar em temperaturas mais altas ou baixas. Se PVC for empregado e o substrato a ser revestido for uma folha de metal, a cura da composição de revestimento aplicada pode ser realizada, por exemplo, ao submeter o metal revestido a uma temperatura de forno de cerca de 177°C a cerca de 205°C por cerca de 5 a 15 minutos. Se a bobina de metal for o substrato a ser revestido, a cura da composição de revestimento aplicada pode ser conduzida, por exemplo, ao submeter o metal revestido a uma temperatura de forno de cerca de 210°C a cerca de 232°C por cerca de 15 a 30 segundos.

Para modalidades de auto-reticulação do polímero PEC que

emprega grupos isocianato desbloqueáveis, as condições de cura são, de preferência, adequadas para alcançar uma quantidade desejada de desbloqueamento e reticulação.

MÉTODO DE TESTE

5 Exceto onde indicado em contrário, os seguintes métodos de teste foram utilizados nos Exemplos a seguir.

A. Método em retorta

10 Este teste fornece uma indicação de uma habilidade de um revestimento de suportar condições frequentemente associadas à preservação ou esterilização de alimentos ou bebidas. Para a presente avaliação, as amostras de substrato revestido (sob a forma de painéis planos de placa de estanho eletrolítica (ETP)) foram colocadas em um vaso e parcialmente imersas em uma substância de teste. Enquanto totalmente imersas na substância de teste, as amostras de substrato revestido foram colocadas em
15 uma autoclave e sujeitas ao aquecimento de 130°C e à pressão de 101,3 kPa (1 atm) acima da pressão atmosférica por um período de tempo de 60 minutos. Logo após a retorta, as amostras de substrato revestido foram testadas para adesão, resistência a opacidade, e/ou resistência a manchas.

B. Teste de adesão

20 O teste de adesão foi realizado para avaliar se a composição de revestimento adere ao substrato revestido. O Teste de Adesão foi realizado de acordo com ASTM D 3359 – método de teste B, com o uso de fita SCOTCH 610, disponível junto à 3M Company de Saint Paul, Minnesota, EUA. A adesão é, em geral, avaliada em uma escala de 0 a 10 onde um valor nominal
25 de "10" indica nenhuma falha de adesão, um valor nominal de "9" indica que 90% do revestimento permanece aderido, um valor nominal de "8" indica que 80% do revestimento permanece aderido, etc. Um revestimento é considerado aqui como satisfatório no Teste de Adesão se ele exibir um valor nominal de adesão de pelo menos 8.

Os resultados desse teste para revestimentos preparado de acordo com a presente invenção (depois em retorta no que diz respeito ao Método em retorta) são apresentados na Tabela 5.

C. Teste de Resistência à opacidade

5 A resistência à opacidade mede a habilidade do revestimento de resistir um ataque por várias soluções. Tipicamente, a opacidade é medida pela quantidade de água absorvida em um filme revestido. Quando o filme absorve água, ele, em geral, se torna turvo ou parece branco. A opacidade é, em geral, medida visualmente, com o uso de uma escala de 0 a 10 em que um
10 valor nominal de "10" indica nenhuma opacidade, um valor nominal de "8" indica um leve branqueamento do filme, e um valor nominal de "5" indica o branqueamento do filme, etc. As avaliações de opacidade de 7 ou mais são tipicamente desejadas para revestimentos de acondicionamento comercial e, otimamente 9 ou mais. Os resultados desse teste para revestimentos
15 preparados de acordo com a presente invenção são apresentados na Tabela 5.

D. Teste de Resistência de Solvente

 A extensão de "cura" ou reticulação de um revestimento é medida como uma resistência a solventes, como metil etila cetona (MEK) ou álcool isopropílico (IPA). Este teste é realizado conforme descrito em ASTM
20 D 5402 – 93. O número de atrito duplo (isto é, um movimento para frente e para trás) é reportado. De preferência, a resistência do solvente MEK é de pelo menos 30 atritos duplos. Os resultados desse teste para revestimentos preparados de acordo com a presente invenção são apresentados na Tabela 5.

E. Teste de flexão de cunha

25 Este teste fornece uma indicação de um nível de flexibilidade de um revestimento e a extensão de cura. Para a presente avaliação, cunhas de teste foram formadas a partir de folhas de teste metálicas retangulares revestidas (que mediam 12 cm de comprimento por 5 cm de largura). As cunhas de teste foram formadas a partir das folhas revestidas por dobramento

(isto é, flexão) das folhas em volta de um mandril. Para realizar isso, o mandril foi posicionado nas folhas revestidas de modo que estivesse orientado de maneira paralela a, e equidistante de, as bordas de 12 cm das folhas. As cunhas de teste tinham um diâmetro de cunha de 6 mm e um comprimento de 12 cm. Para avaliar as propriedades de flexão de cunha dos revestimentos, as cunhas de teste foram posicionadas ao longo do comprimento em um bloco metálico de um testador de flexão de cunha e um peso de 2,4 kg foi solto em cima das cunhas de teste de uma altura de 60 cm.

As cunhas de teste deformadas foram, então, imersas em uma solução de teste de sulfato de cobre (preparada pela combinação de 20 partes de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 70 partes de água deionizada, e 10 partes de ácido clorídrico (36%)) por cerca de 2 minutos. O metal exposto foi examinado sob um microscópio e os milímetros da falha de revestimento ao longo do eixo geométrico de deformação das cunhas de teste foram medidos.

Os resultados deste teste para revestimentos preparado de acordo com a presente invenção são apresentados na Tabela 5, com os dados expressos como um percentual de flexão de cunha com o uso do seguinte cálculo:

$$100\% \times [(120 \text{ mm}) - (\text{mm de falha})]/(120 \text{ mm}).$$

Um sistema de revestimento de mono-revestimento é considerado aqui para satisfazer o Teste de Flexão de Cunha se exibir um percentual de flexão de cunha de 70% ou mais, em que um sistema de revestimento de duplo revestimento é considerado aqui como satisfatório para o teste se exibir um percentual de flexão de cunha de 85% ou mais.

F. 4-Teste de força de tração de canto de caixa

Este teste fornece uma indicação de ambas a flexibilidade e adesão de um revestimento curado em um substrato. Tipicamente, um painel plano revestido é carimbado em uma caixa de cinco lados (uma parede inferior, quatro paredes laterais e um topo aberto) com o uso de uma prensa

equipada com uma ferramenta específica que apresenta 4 ângulos com diferentes raios de curvatura. Para os dados na Tabela 5, um modelo de prensa KE2130A de COFMO PRESSES (93297 Tremblay – França) foi usado. A ferramenta permite a deformação de um painel metálico plano de 120x120 mm em uma caixa de 50x60x17 mm.

Após a formação da caixa, cada um dos quatro cantos da caixa é visualmente inspecionado por laceramento para que se avalie a aderência do revestimento. Se nenhum defeito visual for observado em um canto particular, o canto é graduado como uma "passagem". De preferência, dois ou mais cantos passam o teste de força de tração de caixa de 4 cantos, e otimamente, três ou mais cantos.

G. A quantificação de compostos de Isocianato móveis

Este teste mede a quantidade de isocianato extraível presente em um revestimento de polímero curado. Os compostos de isocianato móveis são extraídos do revestimento curado com acetonitrila durante 24 horas à temperatura ambiente. Um agente de derivação é adicionado para estabilizar os grupos isocianato livres simultaneamente a sua extração. A metodologia é descrita no seguinte artigo: M. Driffield, E. L. Bradley and L. Castle, Journal of Chromatography A, 1141 (2007) 61 a 66.

H. Teste de resistência manchas

A resistência a manchas é, em geral, medida visualmente com o uso de uma escala de 0 a 10, onde um valor nominal de "10" indica nenhum manchamento e um valor nominal de "0" indica uma mudança completa de cor no filme. As amostras de substrato revestido foram avaliadas para resistência a manchas conforme o seguinte:

- 10: nenhuma descoloração do revestimento observada
- 8-9: descoloração muito leve do revestimento observada
- 7: alguma descoloração do revestimento observada
- 6: descoloração notável do revestimento observada

- 2-5: descoloração forte do revestimento observada
- 0-1: descoloração muito forte do revestimento observado

As avaliações de resistência à mancha de pelo menos 6 são tipicamente desejadas para revestimentos comercialmente viáveis e tipicamente 8 ou mais. Um revestimento é considerado aqui como satisfazendo o Teste de Resistência a Manchas se exibir uma avaliação de mancha de pelo menos 6 quando testado conforme descrito acima. Os resultados desse teste para revestimentos preparados de acordo com a presente invenção (depois do que diz respeito à retorta ao Método em retorta) são apresentados na Tabela 5.

EXEMPLOS

A invenção é ilustrada pelos exemplos a seguir. Deve-se compreender que os exemplos, materiais, quantidades, e procedimentos particulares devem ser interpretados amplamente de acordo com o escopo e essência das invenções conforme aqui determinados. Exceto onde indicado em contrário, todas as partes e porcentagens são em peso e todos os pesos moleculares são peso molecular médio ponderal. A não ser que especificado de outra forma, todos os químicos usados estão comercialmente disponíveis junto à, por exemplo, Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri, EUA.

Exemplo 1: Preparação de Poliésteres terminados em hidroxila A-C

Os poliésteres terminados em hidroxila A, B, e C foram produzidos conforme descrito a seguir. Os ingredientes de cada um dos poliésteres A a C nas quantidades indicadas na Tabela 1 abaixo foram mudados para um vaso separado equipado com um agitador, condensador de refluxo, coluna recheada, termopar, e uma camisa de aquecimento. Cada mistura foi aquecida para um máximo de 250°C. Durante a reação, a água foi extraída por destilação até que um número ácido de 10 a 20 foi alcançado. Cada poliéster foi, então, diluído com xileno para alcançar um teor não-volátil ("NVC") de cerca de 93% em peso e submetido a destilação azeotrópica até

que um número ácido de 5 fosse alcançado. Após essa etapa, o poliéster C foi, então, diluído com SOLVESSO 100 para alcançar um NVC de cerca de 52% em peso.

Tabela 1

Ingrediente	Quantidade (% em peso)		
	Poliéster A	Poliéster B	Poliéster C
Neopentilglicol	18,64	20,73	23,85
Etileno glicol	2,96	3,29	3,79
1,4-ciclohexanodimetanol	10,54	11,72	13,48
Ácido sebácico	37,28		
Ácido adípico		32,30	
Ácido isoftálico			29,44
Ácido tereftálico			29,44
Dímero de ácido graxo RADIACID 960	30,58	28,96	
Dilaurato de estanho Dibutil (DBTL)	0,05		0,05

5 Exemplo 2: Preparação de Isocianatos Bloqueados A a C

Os compostos de isocianato bloqueados A, B, e C foram produzidos com o uso do ingrediente listado na Tabela 2 abaixo. Os solventes "secos" na Tabela 2 foram misturados anteriormente com peneiras moleculares para evitar a presença de água.

10 O composto de isocianato bloqueado A foi produzido ao primeiramente dissolver tabletes de isocianato VESTANATE 1890/100 em xileno seco em um reator a 80°C. Após 2 horas de mistura, caprolactama foi adicionado no reator. A dissolução completa do caprolactama foi observada após alguns minutos. A solução DBTL foi, então, adicionada à mistura e o

15 reator foi lentamente aquecido até 100°C. Seguindo a etapa de aquecimento, o % de NCO (isto é, o peso de grupos de isocianato dividido pelo peso da mistura no reator) da mistura foi determinado pela titulação e a reação foi parada quando o % de NCO teórico foi alcançado (isto é, nesse caso, o ponto teórico no qual um terço dos grupos de isocianato estavam calculados para

20 serem bloqueados e dois terços estava calculados para serem desbloqueados), o que levou menos de 2 horas.

O composto de isocianato bloqueado B foi produzido com o uso da mesma metodologia conforme descrito acima, exceto pelo fato de que

o % desejado de NCO foi diluído com uma segunda carga de xileno para obter uma mistura que tem um NVC de 60% em peso.

O composto de isocianato bloqueado C foi produzido conforme segue. Isocianato DESMODUR 3390 foi aquecido a 50°C em um reator. Após a adição de solução DBTL, glicidol foi lentamente adicionado no reator por 45 minutos. Depois que todo o glicidol foi adicionado, o % de NCO foi determinado por titulação ou amostras de misturas e a reação foi parada quando o % teórico de NCO foi alcançado (o mesmo que acima), o que levou menos de 2 horas. A mistura foi, então, diluída a 70% em peso de NVC com xileno seco e Solvesso seco 100.

Tabela 2

Ingrediente	Quantidade (peso %)		
	Isocianato bloqueado A	Isocianato bloqueado B	Isocianato Bloqueado C
Poliisocianato com base em IPDI*	60,58	51,9	
Trímero HDI**			68,98
Caprolactama	9,41	8,1	
Glicidol			7,92
10% em peso de dilaurato de estanho dibutil em xileno seco	0,35		0,7
Xileno seco	29,65	15	9,90
Carga de xileno seco 2		25	
Solvesso seco 100			12,5

* VESTANATE 1890/100 produto disponível junto à DEGUSSA.

** DESMODUR 3390 trímero disponível junto à BAYER.

Exemplo 3: Produção de polímero PECs

Polímeros PECs A a C foram produzidos com o uso do ingrediente listado na Tabela 3 abaixo.

Cada um dos polímeros PECs A a C foi produzido conforme o seguinte. O respectivo poliéster A a C foi carregado em um reator e aquecido até 70°C. Então, a respectiva mistura de isocianato bloqueada de A a C foi adicionada ao reator por 20 minutos com o uso de um funil de adições, que foi lavado com o solvente SOLVESSO 100 após a adição estar completa. A reação foi continuada até que a mistura de reação exibiu uma viscosidade

estável, que levou de 4 a 6 horas. A mistura foi, então, diluída com solvente DOWANOL PMA.

Tabela 3

Ingrediente (em % em peso)	Polímero PEC		
	A	B	C
Poliéster A	43,96		
Poliéster B		51,2	
Poliéster C			74,64
Isocianato bloqueado A	20,17		
Isocianato bloqueado B		18,9	
Isocianato bloqueado C			4,27
Solvente SOLVESSO 100	14,45	15,6	4,69
Solvente DOWANOL PMA	21,42	14,3	16,40

Exemplo 4: Composição de revestimento

- 5 As composições de revestimentos 4.1 a 4.6 foram produzidas com o uso dos ingredientes listados abaixo na Tabela 4, que estavam misturados com o uso de agitação em alta velocidade.

Tabela 4

Ingrediente (em parte, em peso)	Composição de revestimento					
	4,1	4,2	4,3	4,4	4,5	4,6
Polímero PEC A	31,4					
Polímero PEC B		34				
Polímero PEC C			38,3	38,3	38,3	38,3
Pó PVC*	34,5	30				
Pó PVC em dispersão**			40	80	120	
Butilglicol	23,9		11,35	11,35	11,35	11,35
Butil celossolve		33				
Resina fenólica	8		6,7	6,7	6,7	6,7
Catalisadores ácidos	0,2		0,35	0,35	0,35	0,35
Cera	2	1				
30% de solução de lanolina***		2	0,15	0,15	0,15	0,15

* pó GEON 178

- 10 ** 50% em peso de pó GEON 178 na dispersões em uma solução de 1 para 1 de solvente SOLVESSO 100 e etileno diglicol.

*** A solução de lanolina foi adicionada para fins de manuseio mais fácil para medir a porosidade de revestimentos.

Exemplo 5: avaliação de desempenho de revestimento

- 15 Os artigos de teste de revestimento foram produzidos a partir da composição de revestimento do Exemplo 4 para avaliar as características

de desempenho de revestimento das várias composições de revestimento.

A composição de revestimento 4.1 foi aplicada como um sistema de mono-revestimento direto a uma superfície de substrato ETP e o substrato revestido foi curado 12 minutos depois em um forno a 190°C para render um filme com uma densidade de filme de 10 gramas/metro² (g/m²).

A composição de revestimento 4.2 foi aplicada a uma superfície de substrato ETP que tinha sido pré-revestida com um revestimento de adesão de epóxi fenólica curada. A composição de revestimento 4.2 foi aplicada no substrato pré-revestido e curada 12 minutos em um forno a 190°C para formar um sistema de multi-revestimentos curado, onde a camada de filme da composição de revestimento 4.2 tem uma densidade de filme de 10 g/m².

As composições de revestimento 4.3 a 4.6 estavam, cada uma, aplicadas como um sistema de mono revestimento direto a uma superfície de substrato ETP e o substrato revestido foi curado por 12 minutos em um forno a 190°C para render um filme com uma densidade de filme de 6 a 7 g/m².

Os dados de desempenho de revestimento dos revestimentos curados são indicados na Tabela 5 abaixo.

Tabela 5

Revestimento Curado composição	Atrito MEK	WB*	Testes em retorta								caixa de 4 cantos	
			Água da torneira	3% de ácido acético + 2% de NaCl	2% de ácido acético	2% de NaCl	1% de ácido lático	0,3% de monohidrato de cloreto de cisteína + 1% de carbonatos de sódio	Produção de manchas	Adesão	Antes da retorta	Após retorta em água da torneira
			Opacidade									
4.1		90	10	10							4	**
4.2	30	98	10	10				10		10	2	1
4.3	20	85	4	8	6	4	8	0	6	90		
4.4	20	82	6	8	8	6	8	0	6	90		
4.5	20	0	6	8	8	6	8	0	6	90		
4.6	20	79	6	9	8	8	6	0	6	0		

* resultado de flexão de cunha

** não testado.

Exemplo 6: Sistemas de Revestimento de Multi-revestimento

As composições de revestimentos 6.1 e 6.2 Organosol foram preparadas que incluíam polímero PEC A do Exemplo 3, com e sem reticulador fenólico. Os ingredientes para a composição de revestimento são fornecidas abaixo na Tabela 6.

Tabela 6

Ingrediente (em parte, em peso)	Composição de revestimento	
	6.1	6.2
Polímero PEC A	34,12	32,38
Butilglicol	25,82	24,11
Pó PVC	37,95	35,94
Cera	1,05	0,94
20% de solução de lanolina	1,06	0,99
Resina fenólica		4,36
Catalisadores ácidos		0,34

As composições de revestimentos 6.1 e 6.2 foram avaliadas no contexto de sistemas de revestimentos de multi-revestimento. Uma composição de revestimento de epóxi fenólica comercial foi primeiramente aplicada ao substrato de metal plano e curada para formar um revestimento de adesão. A composição de revestimento epóxi fenólica foi aplicada para render um peso de filme seco de 8 gramas por metro quadrado ("g/m²") e curada em um forno de 200°C por 12 minutos. As composições de revestimentos 6.1 e 6.2 foram, cada uma, aplicadas a um substrato pré-revestido a um peso de filme seco de 10 g/m² e curadas em um forno a 195°C por 12 minutos. Os artigos de teste foram produzidos para avaliar as características de desempenho de revestimento dos sistemas de multi-revestimentos curados.

Os dados do desempenho de revestimento dos revestimentos curados são indicados na Tabela 7 abaixo. O teste de desempenho de revestimento foi gerado com o uso de métodos pertinentes descritos na seção de Métodos de Teste.

Tabela 7

Revestimento de topo Organosol		6.1	6.2
Testes em retorta: (60 minutos, 130°C, em painéis planos de alimento)			
Água de torneira	Opacidade/adeseão/manchas/ μ bolha	9/10/10/10	9/10/10/10
NaCl 2%	Opacidade/adeseão/manchas/ μ bolha	8/10/10/10	10/10/10/10
Ácido láctico 1%	Opacidade/adeseão/manchas/ μ bolha	7/10/10/10	10/10/10/10
NaCl/ácido acético*	Opacidade/adeseão/manchas/ μ bolha	8/10/10/10	9/10/10/10
Cistina	Opacidade/adeseão/manchas/ μ bolha	7/10/10/10	9/10/10/10
Testes em retorta: (60 minutos, 130°C, em extremidades de latas de alimentos(primeira imagem))			
Água da torneira	Opacidade/manchas/microbolha	9/10/10	9/10/10
NaCl 2%	Opacidade/manchas/microbolha/corrosão	9/10/10	9/10/10
Ácido láctico 1%	Opacidade/manchas/microbolha	8/10/8/8	9/10/8/9
NaCl/ácido acético*	Opacidade/manchas/microbolha	9/10/10	9/10/10
Cistina	Opacidade/manchas/microbolha	9/6/10	9/6/10
Testes em retorta: (60 Minutos, 130°C, em caixa de quatro cantos)			
NaCl 2%	Caixa de quatro-cantos (interior)	2	1
Água de torneira	Caixa de quatro cantos (exterior)	2	0

* Essa solução em retorta foi preparada com o uso de 800 gramas de água, 20 gramas de NaCl e 40 gramas de ácido acético. A etapa de imersão em retorta usada em conjunto com essa solução em retorta foi de 90 minutos a 121°C.

5 A descrição completa de todas as patentes, pedidos de patente, publicações, e material disponível eletronicamente citado na presente invenção estão aqui incorporadas a título de referência. A descrição detalhada e os exemplos anteriormente mencionados foram oferecidos somente por uma questão de clareza de entendimento. Nenhuma limitação desnecessária deve

10 ser inferida das mesmas. A invenção não se limita aos detalhes exatos mostrados e descritos, pois variações óbvias para o versado na técnica estarão incluídas na invenção definida pelas reivindicações.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de revestimento, caracterizada por compreender:

um polímero que tem uma cadeia principal que inclui ambos
5 as ligações de éster e carbamato; e

uma dispersão termoplástica incluindo um material de poliolefina halogenada.

2. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato que o polímero de poliéster-carbamato compreende
10 um polímero auto-reticulável.

3. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polímero de poliéster-carbamato inclui pelo menos um grupo isocianato bloqueado.

4. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que pelo menos um dos grupos isocianato
15 bloqueados é desbloqueável.

5. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o grupo isocianato bloqueado compreende um produto de reação de um grupo isocianato e um ou mais glicícol, e-
20 caprolactama, metil etila cetoxima (MEKO), ou di-isopropilamina (DIPA).

6. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o polímero de poliéster-carbamato inclui pelo menos um grupo hidroxila terminal.

7. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polímero de poliéster-carbamato tem pelo
25 menos um grupo pendente que inclui um grupo oxirano.

8. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a composição de revestimento compreende pelo menos cerca de 15 por cento, em peso, do polímero de poliéster-

carbamato, em peso, de materiais não-voláteis na composição de revestimento e pelo menos cerca de 10 por cento em peso de partículas termoplásticas, incluindo o material de poliolefina halogenada, em peso, de materiais não-voláteis na composição de revestimento.

5 9. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a composição de revestimento compreende uma dispersão de organosol de vinila compreendendo partículas de cloreto de polivinila e um carreador líquido.

10 10. Composição de revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a composição de revestimento é substancialmente isenta de BPA e compostos de glicidil éter aromáticos.

15 11. Recipiente para alimento e bebida, ou uma porção do mesmo, caracterizado pelo fato de ter um revestimento de contato com o alimento que inclui uma composição de revestimento, como definida na reivindicação 1, aderida em pelo menos uma porção de uma superfície do mesmo.

20 12. Recipiente para alimento e bebida, ou uma porção do mesmo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que a composição de revestimento é aplicada como um revestimento de topo de contato com o alimento em um ou mais revestimentos de adesão, em que o revestimento de adesão inclui um revestimento de adesão epóxi-fenólico, revestimentos de adesão de poliéster e combinações dos mesmos.

25 13. Método, caracterizado pelo fato de compreender:
fornecer um polímero de poliéster-carbamato; e
preparar uma composição de revestimento de organosol que inclui o polímero de poliéster-carbamato e uma dispersão termoplástica incluindo um material de poliolefina halogenada.

14. Método de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que o polímero de poliéster-carbamato compreende um produto

de reação de ingredientes incluindo:

um poli-isocianato parcialmente bloqueado e
um oligômero ou polímero de poliéster hidroxila-funcional;
em que o poli-isocianato parcialmente bloqueado inclui, em

5 média,

(i) pelo menos cerca de 0,5 grupos de isocianato bloqueados e

(ii) de cerca de 1,5 a cerca de 3 grupos de isocianato livres; e

em que a relação de grupos isocianato livres no poli-isocianato
parcialmente bloqueado para grupos hidroxila no oligômero ou polímero de
10 poliéster hidroxila-terminado é menor que 1.

15. Método, caracterizado pelo fato de compreender:

fornecer uma composição de revestimento, como definida em
qualquer uma das reivindicações 1 a 10, e

15 aplicar a composição de revestimento como uma ou mais
camadas de um revestimento de contato com o alimento mono-revestimento
ou multi-revestimento a pelo menos uma porção de uma superfície de
substrato metálico de um recipiente para alimento ou bebida,

em que a composição de revestimento é aplicada no substrato
antes de formar o substrato no recipiente para alimento ou bebida.